

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

JC868 U.S. PTO  
09/865476  
05/29/01

In re the application of:

Takahiko Iriyama *et al.*

US Serial No.: NEW

Filed: May 29, 2001

For: ISOTROPIC POWDERY MAGNET MATERIAL, PROCESS FOR PREPARING  
AND RESIN-BONDED MAGNET

**CLAIM TO PRIORITY UNDER 35 U.S.C. § 119**

Honorable Commissioner  
of Patents and Trademarks  
Washington, D.C. 20231

May 29, 2001

Dear Sir:

The benefit of the filing date of the following foreign applications is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed:

Japanese Patent Application No. 2000-158807, filed May 29, 2000,

Japanese Patent Application No. 2000-160514, filed May 30, 2000, and

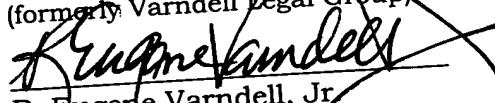
Japanese Patent Application No. 2000-162713, filed May 31, 2000.

In support of this claim, the requisite certified copies of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicant has complied with the requirements of 35 U.S.C. § 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of this document.

In the event any fees are required, please charge our Deposit Account No. 22-0256.

Respectfully submitted,  
VARNDELL & VARNDELL, PLLC  
(formerly Varndell Legal Group)

  
R. Eugene Varndell, Jr.  
Attorney for Applicant  
Registration No. 29,728

Atty. Docket No. VX012307  
106-A South Columbus Street  
Alexandria, VA 22314  
(703) 683-9730  
V:\Vdocs\W\_Docs\May01\PO60-2307 CTP.doc

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

JC868 U.S. PTO  
09/865476  
05/29/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 5月29日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-158807

出 願 人

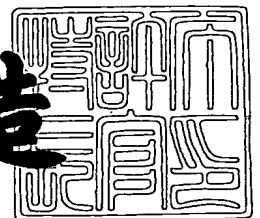
Applicant(s):

大同特殊鋼株式会社

2001年 4月27日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3035299

【書類名】 特許願

【提出日】 平成12年 5月29日

【整理番号】 H12-1750

【あて先】 特許庁長官 近藤 隆彦 殿

【国際特許分類】 H01F 07/00

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県東海市加木屋町南鹿持 1 8 番地

    【氏名】 入山 恭彦

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県東海市加木屋町南鹿持 1 8 番地

    【氏名】 大松澤 亮

【特許出願人】

    【識別番号】 000003713

    【氏名又は名称】 大同特殊鋼株式会社

    【代表者】 ▲高▼山 剛

【代理人】

    【識別番号】 100070161

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 須賀 総夫

    【電話番号】 03-3534-1980

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 008899

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9708849

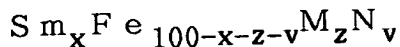
【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉末磁石材料、その製造方法および磁石

【特許請求の範囲】

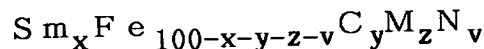
【請求項1】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-z-v}\text{M}_z\text{N}_v$  系粉末磁石材料において、



[式中、MはSiおよび（または）Tiであり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.5 \leq v \leq 20$ 、かつ $0.1 \leq z \leq 1.0$ である。]

なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造とを有することを特徴とする粉末磁石材料。

【請求項2】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-y-z-v}\text{C}_y\text{M}_z\text{N}_v$  系粉末磁石材料において、



[式中、MはSiおよび（または）Tiであり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq y \leq 1.0$ 、 $0.5 \leq v \leq 20$ 、かつ $0.1 \leq z \leq 1.0$ である。]

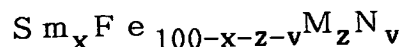
なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造とを有することを特徴とする粉末磁石材料。

【請求項3】 Smの50%以下をSm以外の希土類元素で置換した請求項1または2の粉末磁石材料。

【請求項4】 Feの30%以下をCoで置換した請求項1ないし3のいずれかの粉末磁石材料。

【請求項5】 フレーク状粉末の厚さが $15 \sim 35 \mu\text{m}$ である請求項1ないし4のいずれかの粉末磁石材料。

【請求項6】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなる  $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-z-v}\text{M}_z\text{N}_v$  系粉末磁石材料を製造する方法において、

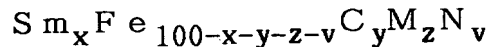


[式中、MはSiおよび（または）Tiであり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 20$ である。]

なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造を有するように、Sm、Fe、ならびに、Siおよび（または）Tiからなる合金成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を周速 $20 \sim 35 \text{ m/秒}$ の範囲で行なうことを特徴とする粉

末磁石材料の製造方法。

【請求項7】 合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなるSmFeN系磁石粉末を製造する方法において、



[式中、MはSiおよび（または）Tiであり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq y \leq 1$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$ である。]

なる組成と、TbCu<sub>7</sub>構造を有するように、Sm、Fe、C、ならびに、Siおよび（または）Tiからなる合金成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を周速20～35m/秒の範囲で行なうことを特徴とする粉末磁石材料の製造方法。

【請求項8】 ロール急冷を、Arガスの雰囲気下に、圧力0.0001Torrないし2気圧の範囲で実施する請求項7または8の製造方法。

【請求項9】 請求項1ないし5のいずれかの磁石粉末を、バインダーとともに磁石形状に成形してなるボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、磁気特性が良好で、とくに高いエネルギー積を示す点ですぐれ、安価に製造することができる永久磁石粉末と、その製造方法に関する。本発明はまた、この磁石粉末を使用したボンド磁石にも関する。

【0002】

【従来の技術】

希土類系の等方性ボンド磁石は、エネルギー積の高いことと成形性がよいことが取柄であって、各種の電子機器やOA機器類に使用するモータ部品を中心に、広く使用されている。この種の機器類は、ますます高性能化や小型化が進み、それに伴って、使用するボンド磁石のいっそうの高性能化が要求される。

【0003】

現在、希土類ボンド磁石の主流は、ロール急冷法と呼ばれる製造法で製造したFe-Nd-B系の磁石粉末を、バインダー樹脂で結合した等方性ボンド磁石で

ある。ロール急冷法が採用される理由は、磁石の重要な特性である保磁力を高めるには磁石粉末の結晶粒を微細にしなければならず、結晶粒微細化のためには、高い冷却速度を実現できる冷却法が必要だからである。

## 【0004】

最近、 $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{N}$ 系磁石合金が、 $\text{Fe}-\text{Nd}-\text{B}$ 系磁石合金と同等またはそれ以上の高い性能を発揮する磁石材料として、期待を集めている。たとえば、「粉体および粉末冶金」第46巻第6号（1999年）第581～588頁には、 $\text{SmZrFeCoN}$ 系の等方性ボンド磁石の開発例が紹介されている。この磁石材料もロール急冷法で製造され、それを用いたボンド磁石は、 $\text{Fe}-\text{Nd}-\text{B}$ 系等方性ボンド磁石に近い性能を示すという。

## 【0005】

しかし、この磁石材料を製造するための急冷ロールの周速は、 $75\text{ m/秒}$ という高速を必要とするとのことであり、これは、従来 $\text{Fe}-\text{Nd}-\text{B}$ 系磁石粉末の製造に当たり実施していたロール急冷にくらべ、周速にして4倍程度の高い速度である。このような高い周速でロール急冷を行なうと、ロールを急速回転させる上でのメカニカルな問題は克服できたとしても、製品の急冷リボンの歩留まりが低下したり、冷却不十分な粉末が混入して製品品質が低下したりして、粉末磁石材料の製造そのものに困難が生じる。

## 【0006】

上記の文献によると、ロール急冷により得られる $\text{SmZrFeCoN}$ 磁石のフレークは、厚さが $10\sim 15\ \mu\text{m}$ であるという。これは $\text{Fe}-\text{Nd}-\text{B}$ 系磁石で通常製造されるフレークの厚さの半分以下である。このような薄片を金型で成形しようとする、充填密度が高められないため、成形体の寸法精度が悪くなったり、製品にワレ・カケ・はがれなどが生じやすくなったりする。充填密度が低いということは、磁石としての特性が低くなるという結果を招き、磁石合金粉末のもつ磁気特性が生かされないことになる。

## 【0007】

発明者らは、 $\text{SmFeN}$ 系磁石材料において、合金成分を調整することによって、極端に高い冷却速度で冷却しなくても微細な結晶粒が得られるのではないかと

と考へて、研究を重ねた結果、 $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{Ti}$ （または $\text{Si}$ ）系および $\text{Sm}-\text{Fe}-\text{C}-\text{Ti}$ （または $\text{Si}$ ）系の合金の溶湯をロール急冷したフレークが、それほど高い冷却速度で冷却しなくても微細結晶として得られ、このフレークを窒化することにより、ボンド磁石の材料として有用な磁石粉末が得られることを見出した。

## 【0008】

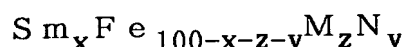
## 【発明が解決しようとする課題】

本発明の目的は、上述した発明者らが得た新知見を活用し、溶湯のロール急冷およびそれに続く窒化により製造された $\text{SmFeN}$ 系粉末磁石材料であつて、極端に速くはない冷却速度で冷却したにもかかわらず微細な結晶であり、かつ、過度に薄いフレークではなく、高い磁気特性をそなえたボンド磁石を与える粉末磁石材料を提供することにある。このような粉末磁石材料を製造する適切な方法を提供することもまた、本発明の目的に包含される。

## 【0009】

## 【課題を解決するための手段】

本発明の $\text{SmFeN}$ 系粉末磁石材料の基本的な態様は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された $\text{SmFeN}$ 系粉末磁石材料において、

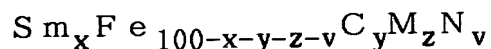


〔式中、 $\text{M}$ は $\text{Si}$ および（または） $\text{Ti}$ であり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ $0.5 \leq v \leq 2.0$ である。〕

なる組成と、 $\text{TbCu}_7$ 構造とを有することを特徴とする。

## 【0010】

本発明の $\text{SmFeN}$ 系粉末磁石材料の好適な態様は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより製造された $\text{SmFeN}$ 系粉末磁石材料において、

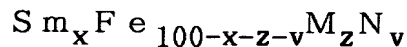


〔式中、 $\text{M}$ は $\text{Si}$ および（または） $\text{Ti}$ であり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0 \leq y \leq 1.0$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ $0.5 \leq v \leq 2.0$ である。〕

なる組成と、 $TbCu_7$ 構造とを有することを特徴とする。

【0011】

上記の基本的な態様の  $SmFeN$  系粉末磁石材料を製造する本発明の方法は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなる  $SmFeN$  系粉末磁石材料を製造する方法において、

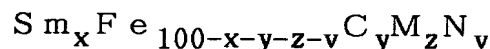


[式中、 $M$ は  $Si$  および（または） $Ti$  であり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$  である。]

なる組成と、 $TbCu_7$ 構造を有するように、 $Sm$ 、 $Fe$ 、ならびに、 $Si$  および（または） $Ti$  からなる合金成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を周速  $20 \sim 35$  m/秒の範囲で行なうことを特徴とする。

【0012】

上記の好適な態様の  $SmFeN$  系粉末磁石材料を製造する本発明の方法は、合金の溶湯をロール急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することからなる  $SmFeN$  系粉末磁石材料を製造する方法において、



[式中、 $M$ は  $Si$  および（または） $Ti$  であり、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq y \leq 1.0$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$  である。]

なる組成と、 $TbCu_7$ 構造を有するように、 $Sm$ 、 $Fe$ 、 $C$ 、ならびに  $Si$  および（または） $Ti$  からなる合金成分を配合して溶解するとともに、窒化の条件を選択し、ロール急冷を、周速  $20 \sim 35$  m/秒の範囲で行なうことを特徴とする。

【0013】

【発明の実施形態】

上記の組成において、 $Sm$  の  $50\%$  以下を  $Sm$  以外の希土類元素、たとえば、 $Y$ 、 $Nd$ 、 $Pr$ 、 $Ce$ 、 $La$  または  $Gd$  で置換することができる。 $Fe$  の  $30\%$  以下を、 $Co$  で置換することもできる。

【0014】

本発明の粉末磁石材料は、フレーク状粉末の厚さが  $15 \sim 35 \mu m$  である。こ



の厚さは、極端に急速なロール急冷を行なわない製法、具体的には、ロール周速 20～35 m/秒、好適には 25～30 m/秒がもたらしたものである。

## 【0015】

溶湯のロール急冷は、Ar ガスの雰囲気下に、圧力 0.0001 Torr ないし 2 気圧の条件で実施するのが適当である。操業が容易な常圧で、通常は差し支えない。

## 【0016】

本発明の磁石粉末において、合金組成を上記のように限定した理由は、つぎのとおりである。

## 【0017】

Sm : 7～12 原子%

Sm が 7 % に満たない少量では、不純物として  $\alpha$ -Fe が多量に混入し、磁石の保磁力が低い。12 % を超える多量になると残留磁束密度が低下し、大きな最大エネルギー積 (BH) max を得ることができなくなる。

M すなわち Ti および (または) Si : 0.1～1.0 原子%

## 【0018】

Ti および Si は、この磁石合金を急冷したときに結晶粒を微細化するはたらきがあって、極端な急冷を不要にする。この効果は 0.1 % 以上の添加で明白になる。磁気特性の観点からは、Ti も Si も好ましくない存在であるから、高い残留磁束密度を確保するため、1.0 % の添加を限度とする。

## 【0019】

C : 0.1～1.0 原子%

Ti または Si に対して C を共存させると、C のない場合よりも残留磁束密度が増大する。この作用は、C を 0.1 % 以上添加すると認められる。1.0 % を超えると保磁力が低下し、最大エネルギー積も小さくなる。

## 【0020】

Sm の一部を他の希土類元素で置き換えることは、原料の純度に対する要求を下げ、コストの低廉化を狙う場合に有効である。ただし、置き換えられる量は 50 % が限界であって、これを超えると、保磁力が著しく低下する。

## 【0021】

Feの一部をCoで置き換えることは、よく知られているように、キュリー点を高めて、磁石に耐高温性を与える。しかし、多量のCoの添加は残留磁束密度を低下させ、コストを高めるから不利であって、置き換え量は30%が実用上の限界である。

## 【0022】

本発明の磁石粉末は、適宜のバインダーと混合し、所望の形状に成形してボンド磁石とすることができる。その手段は任意であって、たとえばエポキシ樹脂のような熱硬化性樹脂と混合して圧縮成形すること、ナイロンのような熱可塑性樹脂と混合して射出成形または押出成形することなど、既知のボンド磁石製造技術のいずれによることもできる。

## 【0023】

## 【実施例1および比較例】

Sm-Fe-Ti合金またはSm-Fe-Si合金の原料を、底部に直径0.5mmの細孔をそなえた石英製のノズルに入れ、Ar雰囲気中で高周波溶解した後、高速回転している銅製ロール上に溶湯を噴射することにより急冷して、リボンを得た。このとき、ロール周速を、表1に示すように変化させた。

## 【0024】

集めたりボンをピンミルで粉砕し、得られたフレークの中から、約300 $\mu$ mのふるい目を通過する粉末を採取した。フレークの厚さを、マイクロメータで測定した。No. 42の粉末の拡大写真を図1に示す。この粉末は薄いフレーク状であり、縦・横が平均150 $\mu$ m程度で、厚さが15~35 $\mu$ mであった。

## 【0025】

この粉末を、Ar雰囲気中で、700℃に10分間加熱する熱処理をしてから管状炉に入れ、アンモニア：水素=1：3（容積比）の混合ガスを通過させつつ450℃に30分間加熱する、窒化処理を施した。窒化後の組成を、フレークの厚さとともに表1に示す。No. 42の試料をX線回折にかけ、図2に示すチャートを得た。このチャートは、窒化後の合金がTbCu<sub>7</sub>構造を有することを示している。

【0026】

表 1 (その1)

No.	磁石合金組成	周速 (m/秒)	厚さ ( $\mu$ m)
1 *	Sm <sub>6.5</sub> Fe <sub>83.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.8</sub>	25	26
2 *	Sm <sub>6.5</sub> Fe <sub>83.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.8</sub>	30	23
3 *	Sm <sub>6.5</sub> Fe <sub>83.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.8</sub>	35	19
4	Sm <sub>7.0</sub> Fe <sub>83.2</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.7</sub>	25	28
5	Sm <sub>7.0</sub> Fe <sub>83.2</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.7</sub>	30	25
6	Sm <sub>7.0</sub> Fe <sub>83.2</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>9.7</sub>	35	22
7 *	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>12.1</sub>	15	51
8	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>12.1</sub>	25	27
9	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>12.1</sub>	35	18
10 *	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.6</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>12.1</sub>	45	12
11 *	Sm <sub>8.8</sub> Fe <sub>77.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.4</sub>	15	57
12	Sm <sub>8.8</sub> Fe <sub>77.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.4</sub>	25	29
13	Sm <sub>8.8</sub> Fe <sub>77.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.4</sub>	35	17
14 *	Sm <sub>8.8</sub> Fe <sub>77.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.4</sub>	45	13
15	Sm <sub>12.0</sub> Fe <sub>69.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.1</sub>	25	28
16	Sm <sub>12.0</sub> Fe <sub>69.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.1</sub>	30	24
17	Sm <sub>12.0</sub> Fe <sub>69.8</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>18.1</sub>	35	19
18 *	Sm <sub>12.9</sub> Fe <sub>67.7</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>19.3</sub>	25	29
19 *	Sm <sub>12.9</sub> Fe <sub>67.7</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>19.3</sub>	30	26
20 *	Sm <sub>12.9</sub> Fe <sub>67.7</sub> Si <sub>0.1</sub> N <sub>19.3</sub>	35	22
21	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.1</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	20	34
22	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.1</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	25	28
23	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.1</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	30	23
24	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>79.1</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	35	20
25	Sm <sub>8.8</sub> Fe <sub>77.4</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>13.3</sub>	25	27

表 1 (その2)

N o .	磁石合金組成	周速 (m/秒)	厚さ ( $\mu$ m)
2 6	S m <sub>8.8</sub> F e <sub>77.4</sub> S i <sub>0.4</sub> N <sub>13.3</sub>	3 0	2 4
2 7	S m <sub>8.8</sub> F e <sub>77.4</sub> S i <sub>0.4</sub> N <sub>13.3</sub>	3 5	2 2
2 8	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.6</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	2 5	2 6
2 9	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.6</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	3 0	2 3
3 0	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.6</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	3 5	1 9
3 1	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>76.8</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	2 5	3 1
3 2	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>76.8</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	3 0	2 8
3 3	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>76.8</sub> S i <sub>1.0</sub> N <sub>12.3</sub>	3 5	2 2
3 4	S m <sub>8.2</sub> F e <sub>79.4</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>12.3</sub>	2 5	2 9
3 5	S m <sub>8.2</sub> F e <sub>79.4</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>12.3</sub>	3 0	2 4
3 6	S m <sub>8.2</sub> F e <sub>79.4</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>12.3</sub>	3 5	2 2
3 7	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>77.6</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>13.4</sub>	2 5	2 8
3 8	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>77.6</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>13.4</sub>	3 0	2 6
3 9	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>77.6</sub> T i <sub>0.1</sub> N <sub>13.4</sub>	3 5	2 0
4 0	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.9</sub> T i <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	2 0	3 2
4 1	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.9</sub> T i <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	2 5	2 7
4 2	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.9</sub> T i <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	3 0	2 2
4 3	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.9</sub> T i <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	3 5	1 8
4 4	S m <sub>8.8</sub> F e <sub>77.4</sub> T i <sub>0.5</sub> N <sub>13.3</sub>	2 5	3 0
4 5	S m <sub>8.8</sub> F e <sub>77.4</sub> T i <sub>0.5</sub> N <sub>13.3</sub>	3 0	2 5
4 6	S m <sub>8.8</sub> F e <sub>77.4</sub> T i <sub>0.5</sub> N <sub>13.3</sub>	3 5	1 9
4 7	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.7</sub> T i <sub>1.0</sub> N <sub>12.2</sub>	2 5	3 2
4 8	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.7</sub> T i <sub>1.0</sub> N <sub>12.2</sub>	3 0	2 4
4 9	S m <sub>8.1</sub> F e <sub>78.7</sub> T i <sub>1.0</sub> N <sub>12.2</sub>	3 5	2 3
5 0	S m <sub>8.9</sub> F e <sub>76.7</sub> T i <sub>1.0</sub> N <sub>13.4</sub>	2 5	2 8

表 1 (その3)

No.	磁石合金組成	周速 (m/秒)	厚さ ( $\mu$ m)
51	Sm <sub>8.9</sub> Fe <sub>76.7</sub> Ti <sub>1.0</sub> N <sub>13.4</sub>	30	23
52	Sm <sub>8.9</sub> Fe <sub>76.7</sub> Ti <sub>1.0</sub> N <sub>13.4</sub>	35	21
53	Sm <sub>8.3</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> N <sub>12.4</sub>	25	26
54	Sm <sub>8.3</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> N <sub>12.4</sub>	30	22
55	Sm <sub>8.3</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Si <sub>0.5</sub> N <sub>12.4</sub>	35	18
56	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.1</sub> C <sub>1.0</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	25	24
57	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.1</sub> C <sub>1.0</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	30	21
58	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.1</sub> C <sub>1.0</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	35	19
59	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	25	25
60	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	30	22
61	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.3</sub> C <sub>0.5</sub> Ti <sub>0.6</sub> N <sub>12.4</sub>	35	20
62	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.0</sub> C <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.5</sub> N <sub>12.3</sub>	25	26
63	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.0</sub> C <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.5</sub> N <sub>12.3</sub>	30	20
64	Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>78.0</sub> C <sub>1.0</sub> Ti <sub>0.5</sub> N <sub>12.3</sub>	35	17

各磁石粉末の磁気特性を、振動試料型磁力計 (VSM) で測定した。ここでは磁石合金の真密度を、 $7.6 \text{ g/cm}^3$ として計算した。得られた結果を、表2に示す。

## 【0027】

磁石粉末に2重量%のエポキシ樹脂を混合し、プレス金型に入れて、 $10 \text{ t/cm}^2$ の圧力で圧縮成形することにより、直径10mm、高さ7mmの円柱状をした成形体を得た。この成形体を、窒素雰囲気中で $150^\circ\text{C} \times 1$ 時間の加熱をして、エポキシ樹脂を硬化させた。得られたボンド磁石の磁気特性を、BHループトレーサーにより測定した。その結果を、表2にあわせて示す。

## 【0028】

表 2 (その1)

No.	粉末の磁気特性	ボンド磁石の磁気特性
-----	---------	------------

	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)
1 *	9. 2	4. 6	6. 8	8. 4	4. 6	5. 3
2 *	1 0. 5	4. 5	7. 9	9. 6	4. 5	6. 1
3 *	1 0. 7	4. 7	8. 3	9. 5	4. 6	6. 2
4	9. 4	6. 2	1 2. 8	8. 6	6. 1	1 0. 0
5	1 0. 7	6. 4	1 3. 4	9. 7	6. 3	1 0. 3
6	1 0. 6	6. 1	1 3. 0	9. 4	6. 0	1 0. 0
7 *	7. 8	9. 3	8. 9	7. 2	9. 2	6. 9
8	8. 8	9. 4	1 5. 5	8. 0	9. 3	1 2. 1
9	9. 8	9. 2	1 7. 2	8. 9	9. 1	1 3. 2
1 0 *	8. 2	7. 4	1 1. 3	7. 3	7. 3	8. 5
1 1 *	7. 4	1 0. 1	9. 8	6. 8	1 0. 0	7. 6
1 2	8. 4	1 0. 9	1 4. 7	7. 6	1 0. 8	1 1. 5
1 3	8. 9	1 0. 2	1 4. 8	8. 1	1 0. 1	1 1. 4
1 4 *	8. 2	9. 3	1 2. 6	7. 3	9. 1	9. 5
1 5	7. 7	1 1. 0	1 3. 1	7. 0	1 0. 9	1 0. 2
1 6	7. 9	1 0. 5	1 3. 2	7. 2	1 0. 4	1 0. 2
1 7	7. 8	1 0. 6	1 3. 1	6. 9	1 0. 4	1 0. 1
1 8 *	6. 5	1 2. 0	7. 1	5. 9	1 1. 9	5. 5
1 9 *	6. 6	1 1. 9	7. 3	6. 0	1 1. 8	5. 6
2 0 *	6. 1	1 1. 2	5. 8	5. 4	1 1. 0	4. 4
2 1	8. 4	9. 3	1 2. 9	7. 6	9. 2	1 0. 1
2 2	8. 6	9. 8	1 5. 6	7. 8	9. 7	1 2. 0
2 3	9. 1	9. 9	1 7. 2	8. 3	9. 7	1 3. 2
2 4	9. 2	9. 4	1 6. 8	8. 3	9. 2	1 2. 9
2 5	8. 0	1 0. 1	1 3. 9	7. 3	1 0. 0	1 0. 7

表 2 (その2)

N o.

粉末の磁気特性

ボンド磁石の磁気特性

	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)
2 6	8. 6	1 0. 9	1 5. 8	7. 8	1 0. 7	1 2. 2
2 7	8. 4	9. 9	1 3. 7	7. 6	9. 7	1 0. 5
2 8	8. 4	1 0. 3	1 4. 6	7. 6	1 0. 2	1 1. 2
2 9	8. 8	1 0. 7	1 6. 3	8. 0	1 0. 5	1 2. 6
3 0	8. 9	1 0. 4	1 6. 4	8. 0	1 0. 2	1 2. 6
3 1	8. 1	1 2. 1	1 4. 7	7. 4	1 2. 0	1 1. 3
3 2	8. 3	1 1. 7	1 4. 5	7. 6	1 1. 5	1 1. 2
3 3	8. 2	1 1. 3	1 4. 2	7. 4	1 1. 1	1 0. 9
3 4	8. 9	8. 7	1 4. 2	8. 1	8. 6	1 0. 9
3 5	9. 8	8. 6	1 6. 9	8. 9	8. 4	1 3. 0
3 6	1 0. 0	8. 1	1 6. 2	9. 0	7. 9	1 2. 5
3 7	8. 6	9. 1	1 3. 9	7. 8	9. 0	1 0. 7
3 8	8. 8	9. 3	1 4. 4	8. 0	9. 1	1 1. 1
3 9	8. 8	8. 6	1 3. 5	7. 9	8. 4	1 0. 4
4 0	9. 1	8. 9	1 5. 8	8. 3	8. 8	1 2. 3
4 1	9. 4	9. 2	1 7. 1	8. 6	9. 1	1 3. 2
4 2	9. 8	9. 7	1 8. 0	8. 9	9. 5	1 3. 9
4 3	9. 6	9. 3	1 7. 3	8. 6	9. 1	1 3. 3
4 4	8. 3	9. 9	1 4. 1	7. 6	9. 8	1 0. 9
4 5	8. 1	1 0. 2	1 3. 7	7. 4	1 0. 0	1 0. 5
4 6	8. 4	9. 4	1 3. 8	7. 6	9. 2	1 0. 6
4 7	8. 6	9. 2	1 4. 6	7. 8	9. 1	1 1. 2
4 8	8. 4	9. 7	1 4. 4	7. 6	9. 5	1 1. 1
4 9	8. 7	8. 8	1 4. 0	7. 8	8. 6	1 0. 8
5 0	8. 2	1 0. 1	1 3. 9	7. 5	1 0. 0	1 0. 7

表 2 (その3)

N o.

粉末の磁気特性

ボンド磁石の磁気特性

	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)	Br(kG)	iHc(kOe)	[BH] max(MGOe)
5 1	8. 3	9. 6	1 3. 5	7. 6	9. 4	1 0. 4
5 2	8. 1	9. 4	1 3. 0	7. 3	9. 2	1 0. 0
5 3	9. 4	9. 2	1 6. 8	8. 6	9. 1	1 2. 9
5 4	9. 7	9. 0	1 7. 1	8. 8	8. 8	1 3. 2
5 5	9. 8	8. 7	1 7. 0	8. 8	8. 5	1 3. 1
5 6	9. 9	8. 1	1 6. 4	9. 0	8. 0	1 2. 6
5 7	1 0. 1	7. 6	1 5. 1	9. 2	7. 4	1 1. 6
5 8	1 0. 0	7. 9	1 5. 1	9. 0	7. 7	1 1. 6
5 9	9. 8	8. 9	1 7. 2	8. 9	8. 8	1 3. 2
6 0	1 0. 5	8. 2	1 7. 4	9. 6	8. 0	1 3. 4
6 1	1 0. 4	8. 0	1 6. 9	9. 4	7. 8	1 3. 0
6 2	1 0. 3	7. 1	1 4. 9	9. 4	7. 0	1 1. 5
6 3	1 0. 7	6. 9	1 3. 7	9. 7	6. 8	1 0. 5
6 4	1 0. 8	6. 4	1 3. 5	9. 7	6. 3	1 0. 4

比較例（\*を付した）の磁石粉末は、粉末の磁気特性からすでに劣るか、またはボンド磁石にしたものの磁気特性が低い。これは、冷却速度が遅く微細結晶が得られなかった（N o. 7および11）か、フレークの厚さが薄すぎて充填率が低くなった（N o. 10および14）ためである。

#### 【0029】

#### 【実施例2】

実施例1で製造した磁石粉末N o. 42に対し、6重量%のナイロン樹脂を混合し、シリンダー温度230℃の二軸押出し混練機でペレット化した。このペレットを温度260℃で射出成形することにより、ボンド磁石を製造した。ボンド磁石の磁気特性を、同じくBHループトレーサーにより測定して、表3に示す値を得た。

#### 【0030】

表 3

ボンド磁石の磁気特性



<u>Br(kG)</u>	<u>iHc(kOe)</u>	<u>[BH] max(MGOe)</u>
6. 8	1 0. 0	8. 7

【 0 0 3 1 】

【実施例 3】

実施例 1 の N o. 2 3 および 4 2 において、F e の一部を C o で置き換えた合金組成の溶湯からフレークをつくり、実施例 1 と同様にして、粉末磁石材料とした。それらの粉末磁石材料を使用し、実施例 1 と同じようにエポキシ樹脂をバインダーとする圧縮成形により、ボンド磁石を製造した。それら粉末およびボンド磁石の磁気特性を、磁石合金の組成とともに、表 4 に示す。

【 0 0 3 2 】

表 4

磁石合金組成	粉末の磁気特性			磁石の磁気特性		
	Br	iHc	[BH] max	Br	iHc	[BH] max
	(kG)	(kOe)	(MGOe)	(kG)	(kOe)	(MGOe)
Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>74.3</sub> Co <sub>4.8</sub> Si <sub>0.4</sub> N <sub>12.3</sub>	8.9	9.8	16.8	8.1	9.6	12.9
Sm <sub>8.1</sub> Fe <sub>74.2</sub> Co <sub>4.8</sub> Ti <sub>0.6</sub> N <sub>12.3</sub>	9.1	9.4	16.9	8.3	9.3	13.0
Sm <sub>8.2</sub> Fe <sub>69.2</sub> Co <sub>9.8</sub> Si <sub>0.5</sub> N <sub>12.3</sub>	8.6	9.7	16.3	7.8	9.5	12.6
Sm <sub>8.1</sub> Fe <sub>69.2</sub> Co <sub>9.8</sub> Ti <sub>0.6</sub> N <sub>12.3</sub>	8.7	9.2	16.1	7.9	9.1	12.4

【 0 0 3 3 】

【発明の効果】

本発明の粉末磁石材料は、溶湯のロール急冷とそれに続く窒化により製造された S m F e N 系磁石粉末において、既知の技術において余儀なくされていたほどの極端に速い冷却速度にくらべて、実施が容易な低い冷却速度で冷却したにもかかわらず、結晶が微細であって、しかもある程度の厚さをもったフレークとして得られる。したがって本発明によるときは、磁石粉末製造上のメカニカルな問題が軽減されるだけでなく、フレークの歩留まりや製品品質上の問題を原理的に避けることができ、常に高い磁気特性をそなえた粉末磁石材料が得られる。

【 0 0 3 4 】

このようにして本発明は、高性能のボンド磁石を提供することができ、ボンド磁石が使用されるさまざまな機器類に対する、いっそうの高性能化・小型化の要請にこたえることができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 本発明の実施例 1 の N o . 4 2 で製造した、合金フレークの拡大写真。

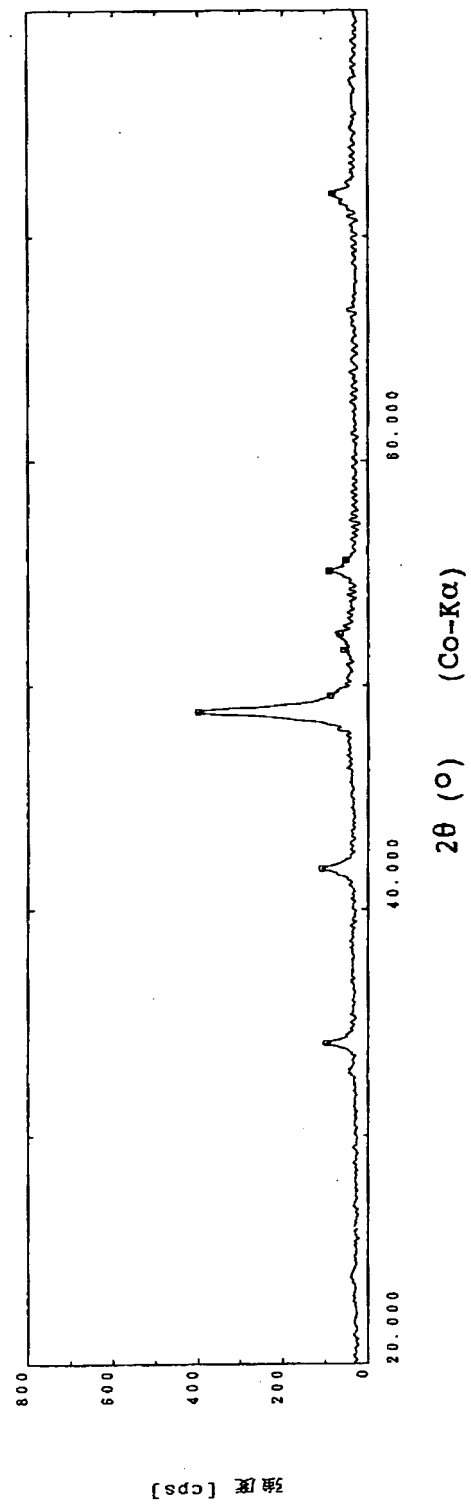
【図 2】 本発明の実施例 1 N o . 4 2 で製造した合金フレークを、窒化して得た粉末磁石材料の X 線回折チャート。

【書類名】 図面

【図1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 溶湯のロール急冷、およびそれに続く窒化により  $\text{SmFeN}$  系磁石材料粉末を製造するに当たり、極端に速くはない冷却速度で冷却しても微細な結晶であり、かつ、過度に薄いフレークではなく、高い磁気特性をそなえた粉末磁石材料を取得し、それによって高性能なボンド磁石の製造を可能にすること。

【解決手段】  $\text{Sm}$ 、 $\text{Fe}$ 、 $\text{C}$ ならびに $\text{M}$ 、すなわち $\text{Si}$ および（または） $\text{Ti}$ からなる合金の溶湯を、周速を $20 \sim 35 \text{ m/秒}$ の範囲に選んだ冷却ロールで急冷し、得られたフレーク状粉末を窒化することにより、組成が、 $\text{Sm}_x\text{Fe}_{100-x-y-z-v}\text{C}_y\text{M}_z\text{N}_v$  [式中、 $7 \leq x \leq 12$ 、 $0.1 \leq y \leq 1.0$ 、 $0.1 \leq z \leq 1.0$ 、かつ、 $0.5 \leq v \leq 2.0$ である。] であり、 $\text{TbCu}_7$ 構造を有する、厚さ $15 \sim 35 \mu\text{m}$ の粉末磁石材料を製造する。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000003713]

1. 変更年月日 1990年 8月27日

[変更理由] 新規登録

住 所 愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号

氏 名 大同特殊鋼株式会社